

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
27. März 2003 (27.03.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/024637 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B21C 1/00,**
37/02, H01L 39/24, B21C 1/02

UND WERKSTOFFFORSCHUNG DRESDEN E.V.
[DE/DE]; Helmholtzstrasse 20, 01069 Dresden (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE02/03193

(72) Erfinder; und

(22) Internationales Anmeldedatum:
29. August 2002 (29.08.2002)

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **EICKEMEYER, Jörg**
[DE/DE]; Hermann-Seidel-Str. 15, 01279 Dresden (DE).
SELBMANN, Dietmar [DE/DE]; Untere Hauptstr. 32,
01738 Colmnitz (DE). **OPITZ, Ralph** [DE/DE]; Gohlitzer
Höhe 11, 01108 Dresden (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(74) Anwalt: **RAUSCHENBACH, Dieter**; Bienertstrasse 15,
01187 Dresden (DE).

(30) Angaben zur Priorität:
101 43 680.7 30. August 2001 (30.08.2001) DE

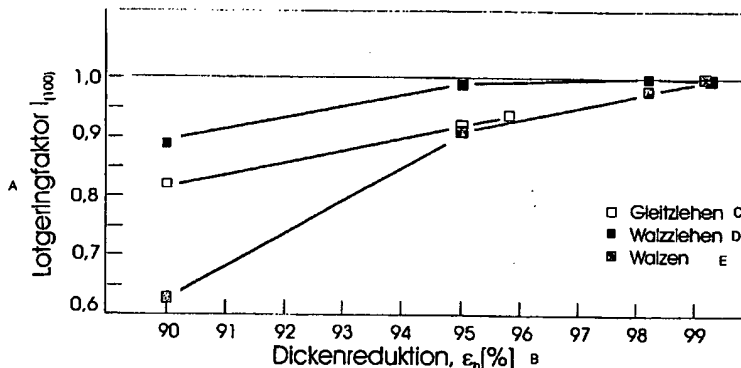
(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,
GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK,

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): **LEIBNIZ-INSTITUT FÜR FESTKÖRPER-**

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING METALLIC STRIPS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG METALLISCHER BÄNDER



Relative Reflexintensität I_{100} eines reinen Nickelbandes nach
Kaltumformung und anschließender Rekristallisation bei 600°C^F

A. LOTGERING FACTOR
B. THICKNESS REDUCTION
C. DRAWING BY A SLIDING ACTION
D. ROLL DRAWING
E. ROLLING
F. RELATIVE REFLECTION INTENSITY I_{100} OF A CLEAN NICKEL STRIP AFTER COLD FORMING AND
SUBSEQUENT RECRYSTALLIZATION AT 600 °C

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing metallic strips having a high-grade cube texture based on nickel, copper, aluminum, silver or alloys of these metals including austenitic iron-nickel alloys. The inventive method makes it possible to obtain, during a subsequent annealing process and with lower total degrees of forming, a recrystallization cube layer of a quality equal to that of one obtained using customary roll forming and produces a better quality cube texture with comparable total degrees of forming. To this end, a forming method is provided during which the materials are formed by cold drawing before their recrystallization annealing whereby rendering them high-grade. The tools

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 03/024637 A1



MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

Erklärung gemäß Regel 4.17:

— hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, die Priorität einer früheren Anmeldung zu beanspruchen (Regel 4.17 Ziffer iii) für alle Bestimmungsstaaten

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

used for this include: a) non-driven roll devices with an axially parallel flat pair of rolls or turk's head arrangements with two pairs of rolls or; b) fixed drawing jaws that are slanted toward one another. The strips produced according to the invention can be used, for example, as a coating support for producing strip-shaped high-temperature superconductors.

(57) **Zusammenfassung:** Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung metallischer Bänder mit hochgradiger Würfelftextur auf der Basis von Nickel, Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser Metalle zu entwickeln, einschliesslich austenitischer Eisen-Nickel-Legierungen, das im Vergleich zur üblichen Walzumformung bei geringeren Gesamtumformgraden eine qualitativ gleichwertige Rekristallisations-Würfelflage beim anschliessenden Glühprozess ermöglicht und dass bei vergleichbaren Gesamtumformgraden eine qualitativ bessere Würfelftextur erzeugt. Diese Aufgabe wird mit einem Umformverfahren gelöst, bei dem die Werkstoffe vor ihrer Rekristallisationsglühung hochgradig durch Kaltziehen umgeformt, wobei als Werkzeugea) nicht angetriebene Rollenapparate mit einem achsparallelen, flachen Rollenpaar oder Türkenkopf-Anordnungen mit zwei Rollenpaaren oder b) feststehende, gegeneinander geneigte Ziehbacken benutzt werden. Die erfindungsgemäss hergestellten Bänder sind beispielsweise als Beschichtungsunterlage zur Herstellung bandförmiger Hochtemperatur-Supraleiter einsetzbar.

5 VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG METALLISCHER BÄNDER

Technisches Gebiet

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung
10 metallischer Bänder auf der Basis von Nickel, Kupfer,
Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser Metalle, die
nach vorausgehender Umformung eine hochgradige Glühtextur mit
Würfellage aufweisen.
- 15 Das Verfahren ist grundsätzlich auf alle metallischen
Werkstoffe anwendbar, die nach Kalt- oder auch Warmumformung
und sich daran anschließende Rekristallisation zur Ausbildung
der Würfeltextur neigen. Hierzu zählen die metallischen
20 Werkstoffe mit kubisch-flächenzentriertem Gitter, wie Nickel,
Kupfer, Gold und unter besonderen Bedingungen Silber sowie
ein Teil ihrer Legierungen, eingeschlossen die austenitischen
Fe-Ni-Legierungen. Für Aluminium trifft dies dagegen nach
einer Warmumformung durch Walzen zu.
- 25 Die nach dem neuen Verfahren hergestellten Bänder sind
beispielsweise einsetzbar als Unterlage für physikalisch-
chemische Beschichtungen mit hochgradiger mikrostruktureller
Ausrichtung. Die Textur dient dabei als Basis für ein
kristallografisch orientiertes Aufwachsen der abgeschiedenen
30 Schichten auf dem Substrat. Solche Unterlagen sind zum
Beispiel als Substrate für keramische Beschichtungen
geeignet, wie sie auf dem Gebiet der Hochtemperatur-
Supraleitung angewendet werden. Die Substratfunktion als
epitaktische Unterlage ist an einen möglichst perfekten
35 Texturzustand gebunden und erfordert daher ein Höchstmaß an
Ausrichtung des polykristallinen Gefüges. Der Einsatz solcher

Substratbändern für Schicht-Supraleiter erfolgt in supraleitenden Magneten, Transformatoren, Motoren, Tomographen oder supraleitenden Strombahnen.

5 Stand der Technik

Bekannt ist, dass polykristalline Metalle mit kubisch-flächenzentriertem Gitter, wie Kupfer, Nickel, Gold und unter bestimmten Bedingungen auch Silber nach vorausgegangener
10 starker Kaltumformung durch Walzen bei der nachfolgenden Rekristallisation eine ausgeprägte Textur mit Würfellage ausbilden können (G. Wassermann: Texturen metallischer Werkstoffe, Springer, Berlin, 1939; H. Hu u.a.: Trans. ASM 224(1962)96-105). Die grundlegenden Arbeiten (W. Köster: Z.
15 Metallkde. 18(1926)112-116) und auch die weiter führenden Untersuchungen (R. D. Doherty u.a.: Mater. Sci. Eng. A257(1998)18-36) wurden auf der Basis des Bandwalzens mit anschließender Glühbehandlung durchgeführt.

20 Auf diese Weise durch Walzen und Glühen texturierte Metallbänder, insbesondere Nickel- und Silberbänder, werden heute auch als Unterlage für metallische Überzüge, keramische Pufferschichten und keramische Supraleiterschichten benutzt (US 5 741 377). Die Eignung solcher Metallbänder als
25 Substratwerkstoff hängt maßgeblich vom erreichbaren Grad der Texturierung sowie ihrer Qualität unmittelbar auf der Oberfläche ab.

Bekannt ist auch, dass durch Legieren reiner Metalle mit
30 anderen Elementen der Grad der Texturausbildung mit wachsendem Legierungsgehalt im allgemeinen stark abnimmt (R. E. Smallman: Journ. Inst. Metals 84(1955-56)10-18). Beispielsweise gilt für Aluminium, dass durch Eisen bereits bei sehr geringen Gehalten im Bereich von 10 bis 300 ppm die
35 Rekristallisationstemperatur des Aluminiums angehoben wird, die Würfeltextur hingegen deutlich schwächer wird (W. B.

Hutchinson, H.-E. Ekström: Mater. Sci. Technol. 6(1990)1103-1111). Ein sehr starker negativer Einfluß von Magnesium auf die Texturierbarkeit von Nickel wurde ebenfalls nachgewiesen (K. Detert u.a.: Z. Metallkde. 54(1963)263-270). Es genügen
5 600 Atom-ppm, um die Herausbildung der Würfelftextur zu verhindern. Hinsichtlich der Erhöhung der Rekristallisationstemperatur des Nickels sind ebenfalls Elementwirkungen nachgewiesen (K. Detert, G. Dressler: Acta Metall. 13(1965)845-853). Das trifft zum Beispiel für Chrom
10 und Molybdän als Legierungselemente zu. Andererseits ist deren spezifische Wirkung auf die Schärfe und die thermische Stabilität der Glühtextur, insbesondere für Gehalte ihrer Löslichkeit im Nickel, nicht klar. Es wurde gefunden, dass bei 3 Atom-% Molybdän eine Würfelftextur nicht mehr erzielbar
15 ist (K. Detert u.a.: Z. Metallkde. 54(1963)263-270).

Bei höheren Legierungsgehalten ist zu erwarten, dass beispielsweise die primäre Rekristallisationstextur des Nickels als Würfelftextur weniger vollständig ausgebildet
20 wird, wie für Nickel-Molybdän- und Nickel-Wolfram-Legierungen gezeigt wurde (J. Eickemeyer u.a.: Supercond. Sci. Technol. 14(2001)152-159). Darüber hinaus ist bei höheren Temperaturen mit einem Abbau der primär gewachsenen Würfelftextur durch sekundäre Rekristallisationsvorgänge zu rechnen (R. E.
25 Smallman, C. S. Lee: Mater. Sci. Eng. A184(1994)97-112). Solche höheren Temperaturen werden mit 700°C bis 800°C bei den üblichen Beschichtungsbedingungen, wie sie beim Abscheiden supraleitender Schichten vorliegen, erreicht.

30 Neben den chemischen Legierungseinflüssen auf die Texturqualität ist die Ausbildung der Rekristallisations-Würfelftextur vor allem auch an spezifische mechanische, umformtechnische Voraussetzungen gekoppelt. Unabdingbar ist ein hoher Mindestumformgrad beim Kaltwalzen, wobei ein
35 feinkörniges Ausgangsgefüge des Umformgutes vorteilhaft ist. Für Kupfer beträgt der Mindestumformgrad 82% (O. Dahl, F.

Pawlek: Z. Metallkde. 28(1936)266-271). Um hochgradig zu texturieren werden allerdings wesentlich höhere Umformgrade aufgebracht, die zum Teil über 99% Dickenreduktion betragen. Diese umformtechnisch sehr aufwändige Herstellungstechnologie wird gegenwärtig in Kauf genommen, da alternative Techniken seit Jahrzehnten nicht gesehen werden.

Andere Formgebungsverfahren als das Walzen spielen somit bei der Herstellung von Metallbändern mit Würfeltextur derzeit praktisch keine Rolle. Die Ursache hierfür liegt nicht zuletzt in den fehlenden experimentellen Untersuchungen bezüglich der Eignung anderer Umformverfahren zur Bandherstellung, da diese gerade wegen der erwiesenen großen Effektivität des Walzens bei der Bandherstellung bisher nicht interessant waren.

Eine allgemeingültige Theorie über die Wirkungen von Spannungs- und Deformationszuständen auf die Ausbildung der Umform- und Glüh Texturen der Metalle, bzw. im besonderen des Nickels, Kupfers, Golds und Silbers gibt es nicht. Es ist deshalb nicht möglich, die Wirksamkeit eines Umformverfahrens auf die Ausbildung der Verformungs- und Glüh Texturen sicher zu berechnen. Darüber hinaus beeinflussen auch die Reibungsbedingungen zwischen Umformgut und Umformwerkzeug die Texturformierung in Bändern, und insbesondere in dünnen Bändern, in bisher nicht vorhersagbarer Weise.

Mit dem wachsenden Interesse an weitgehend idealen Glüh Texturen für die Anwendung von Bändern als sehr lange, quasi-einkristalline Substrate (supraleitende Schichtleiter) steht zugleich die Forderung nach einer möglichst perfekten Textur nicht nur im Bandinneren, sondern insbesondere auf der Oberfläche solcher Beschichtungsunterlagen. Aus diesem Grunde sind sämtliche für die Texturausbildung eventuell störenden Einflüsse kritisch zu bewerten und nach Möglichkeit abzuwenden. Nicht zuletzt gilt dies für die optimalen

Verfahrensbedingungen bei der Werkstoffumformung, die bisher auf die Einflussgrößen beim Walzen begrenzt sind.

Darstellung der Erfindung

5

Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren zur Herstellung metallischen Bändern mit hochgradiger Würfeltextur auf der Basis von Nickel, Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser Metalle zu entwickeln, das im Vergleich zur üblichen Walzumformung bei geringeren Gesamtumformgraden eine qualitativ gleichwertige Rekrystallisations-Würfellage beim anschließenden Glühprozess ermöglicht, bzw. das bei vergleichbaren Gesamtumformgraden eine qualitativ bessere Würfeltextur erzeugt.

15

Erfindungsgemäß werden die Werkstoffe vor ihrer Rekrystallisationsglühung hochgradig durch Kaltziehen umgeformt, wobei als Werkzeuge

a) nicht angetriebene Rollenapparate mit einem achsparallelen, flachen Rollenpaar oder Türkenkopf-Anordnungen mit zwei Rollenpaaren oder

b) feststehende, gegeneinander geneigte Ziehbacken benutzt werden.

25

Die erfindungsgemäß vorgesehenen Werkzeugart der nicht angetriebenen Rollenpaare ist beispielsweise beschrieben in F. Dohmann, R. Kopp und J. Mittendorff: Durchziehen; in: Umformtechnik, Plastomechanik und Werkstoffkunde, Hersg.: W. Dahl, R. Kopp und O. Pawelski, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1993, S. 792.

Kenntnisse über nicht angetriebene Türkenkopf-Werkzeuge kann der Fachmann beispielsweise aus J. A. Schey: Tribology in Metal Working, ASM, Metals Park, Ohio, 1984, S. 352 entnehmen.

Die erfindungsgemäß vorgesehen feststehenden Ziehbacken sind beispielsweise beschrieben von S. Kalpakjian in Manufacturing Processes for Engineering Materials, Addison-Wesley Publishing Company, Reading, Mass., 1991, S. 384.

Gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung wird das Kaltziehen mit einer Dickenreduktion von $\varepsilon_h > 50\%$, vorzugsweise von $\varepsilon_h > 90\%$, durchgeführt.

10

Vorteilhaft kann das Kaltziehen kombiniert werden mit einer für schwer umformbare Legierungen üblichen Walzumformung.

Dabei sollte das Verfahren des Kaltziehens im überwiegenden Maße angewandt werden.

Vorteilhaft ist es, wenn eine abschließende Oberflächenglättung der Bänder mittels Feinwalzung oder mittels einem anderen Verfahren der Feinbearbeitung von Oberflächen, insbesondere mittels Prägepolieren, durchgeführt wird.

Die Verfahrensart des Prägepolierens ist beispielsweise beschrieben in W. Machu: Oberflächenvorbehandlung von Eisen- und Nichteisenmetallen, Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig, Leipzig, 1957, S. 850.

Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren bearbeiteten metallischen Werkstoffe werden schließlich in reduzierender oder nichtoxidierender Atmosphäre einer rekristallisierenden Glühung zur Erzielung der Würfeltextur unterworfen. Die rekristallisierende Glühung wird bei Temperaturen ausgeführt, die dem Fachmann bekannt sind.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird der relative Texturgrad der Würfellage nach Kaltziehen und Glühen bei

deutlich geringeren Dickenreduktionen erreicht, als es bei der Anwendung des bisher benutzten Kaltwalzens der Fall ist. Dieser Vorteil des Durchziehens gegenüber dem Walzen tritt sowohl beim Walzziehen mittels Rollenwerkzeugen als auch beim
5 Gleitziehen auf, wobei das Walzziehen effektiver wirkt.

Obwohl die Verfahren des Durchziehens altbekannte Umformverfahren sind, ist ihr Einfluss auf die Umform- und Glühtexturen in Metallbändern bisher nicht ausreichend
10 untersucht worden. Der Grund hierfür liegt darin, dass die Fertigung von Bändern aus fertigungstechnischen und ökonomischen Gründen eindeutig die Domäne der Walzumformung ist. Für Spezialbehandlungen, wie der Erzielung einer hochgradigen Würfeltextur, zeigte sich daher in
15 überraschender Weise der positive Einfluss der Ziehverfahren, insbesondere der des Walzziehverfahrens.

Für die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auf die Herstellung von Substratbändern ergibt sich damit die
20 Möglichkeit, Bänder herzustellen, die aufgrund ihrer schwierigen Texturierbarkeit über das Kaltwalzen und Glühen nicht in der nötigen Qualität gefertigt werden können. Die Erleichterung der Texturformierung beim Glühen infolge des vorausgegangenen Kaltziehens erweitert somit die
25 technologischen Möglichkeiten. Hierin liegt der wesentliche, spezielle Vorteil für das neue Verfahren. Hinzu kommt, dass bei gleichem Grad der Würfeltextur ein gezogenes Band weniger umgeformt werden muss, als ein gewalztes. Dadurch werden zwangsläufig Energie und Arbeitsaufwand gespart.

30 Die schmelzmetallurgische Herstellung der zu texturierenden Metalle und Legierungen erfolgt vorzugsweise durch Gießen in eine Kupferkokille. Auch eine pulvermetallurgische Herstellung über kalt- und heißisostatisches Pressen kann für
35 das Ausgangsmaterial alternativ zur schmelzmetallurgischen Herstellung zweckmäßig sein.

Die metallurgisch hergestellten Guss- oder Presskörper können vor Beginn der nachfolgenden üblichen Warmumformung durch eine Homogenisierungsglühung ein vorteilhaftes Ausgangsgefüge erhalten sowie eine kontrollierte Einstellung der Korngröße für die abschließende starke Kaltumformung. Der Warmumformgrad, wie auch die Temperatur und Dauer der Glühung können leicht vom Fachmann unter dem Aspekt der guten Kaltumformbarkeit im weiteren Prozess optimiert werden. Die Glühatmosfera für die Rekristallisation ist zweckmäßigerweise reduzierend oder inert. Die Glühtemperaturen und -zeiten tendieren mit zunehmendem Legierungsgehalt zu höheren Werten und können ebenfalls unproblematisch vom Fachmann eingestellt werden.

Die im Sinne einer verbesserten Texturbildung wirkende Ziehumformung beim Walzziehen kann sowohl als alleiniges Umformverfahren zur Texturierung angewendet werden, es kann aber auch als Hauptverfahren in Kombination mit anderen Verfahren genutzt werden, wie mit dem Gleitziehen oder Walzen. Es obliegt dem Fachmann einzuschätzen, inwieweit das Umformvermögen des zu texturierenden Bandes ein Walzziehen oder Gleitziehen zulässt, um die positive Wirkung des erfindungsgemäßen Verfahrens weitestgehend zum Tragen zu bringen.

Während die mit Hilfe des Walzens hergestellten texturierten Bänder unter dem Namen RABITS (Rolling Assisted Biaxially Textured Substrates) geschützt wurden (US 5 741 377), wird vom Anmelder für die erfindungsgemäß hergestellten Bänder die neue Kurzbezeichnung DABITS (Drawing Assisted Biaxially Textured Substrates) eingeführt.

Wege zur Ausführung der Erfindung

Die Erfindung ist nachstehend anhand von Beispielen näher erläutert. In den zugehörigen Zeichnungen zeigen:

5

Fig. 1: Röntgenografische (111)-Polfiguren von Nickel mit Würfeltextur nach unterschiedlichen Dickenabnahmen durch Walzziehen (WZ 0,5 = 95%; WZ 0,18 = 98,2%; WZ 0,08 = 99,2%) und Rekristallisation bei 600°C über 30 min in Wasserstoffgas,

10

Fig. 2: Röntgenografische (111)-Polfiguren von Nickel mit Würfeltextur nach unterschiedlichen Dickenabnahmen durch Kaltwalzen (W 0,5 = 95%; W 0,18 = 98,2%; W 0,08 = 99,2%) und Rekristallisation bei 600°C über 30 min in Wasserstoffgas,

15

Fig. 3: Halbwertsbreiten der röntgenografischen (111)-Pole von Nickelbändern mit Würfeltextur nach unterschiedlichen Dickenabnahmen durch Walzziehen, Gleitziehen und Walzen sowie anschließender Rekristallisation bei 800°C über 30 min in Wasserstoffgas,

20

Fig. 4: Diagramm zum Einfluss des Umformverfahrens und des Umformgrades auf den Grad der Ausbildung der Rekristallisations-Würfeltextur in Nickelbändern. In dieser Figur wird an Stelle von Polfiguren der Lotgeringfaktor $I_{(100)}$ zur Charakterisierung des Grades der Würfeltextur verwendet.

25
30Beispiel 1

Technisch reines Nickel-Stabmaterial mit einem Reinheitsgrad von 99,9 Atom-% Nickel und einer Ausgangsabmessung von 10 mm x 10 mm wird weichgeglüht. Anschließend wird zur Erzeugung der Würfeltextur an eine Banddicke von 0,5 mm

35

($\epsilon_h = 95\%$) durch frei drehbare Rollen walzgezogen und bei 600°C gegläht. Es entsteht eine scharfe Würfeltextur, wie Fig.1 belegt. Die gemessenen Intensitäten in der Polfigur (WZ 0,5 RK6) sind deutlich höher als nach vorausgehender Walzumformung (Fig.2, W 0,5 RK6). Die Maximalwerte der Intensitäten betragen 1211 nach Walzziehen und Glühen und 876 nach Walzen und Glühen. Das Walzziehen führt somit zu einer um 38% höheren maximalen Intensität gegenüber dem Kaltwalzen. Bezüglich der für die Texturschärfe repräsentativen Halbwertsbreiten (FWHM-Werte) ergibt sich durch die Anwendung des Ziehens eine wesentliche Verbesserung (Fig. 3). Bei gleicher Dickenreduktion von $\epsilon_h = 95\%$ resultieren nach der Wärmebehandlung bei 800°C folgende FWHM-Werte:
a) Walzen: 12,21, b) Gleitziehen: 10,41 und
c) Walzziehen: 9,46. Der mittels Walzen erreichte FWHM-Wert ist damit 29% schlechter als der mittels Walzziehen erzielte (Fig. 3). Noch klarer zeigt sich der positive Einfluss des Walzziehens bei geringerer Umformung. Bei 1 mm Banddicke ($\epsilon_h = 90\%$) betragen die Lotgeringfaktoren nach dem Walzziehen $I_{(100)} = 0,88$ und nach dem Walzen $I_{(100)} = 0,63$. Die relative Verbesserung durch das Walzziehen ist 40% (Fig.4).

Wie Fig.4 zeigt, wird nach dem Walzziehen ein $I_{(100)} \approx 1,0$ bereits nach 95% Dickenreduktion erreicht, wogegen dafür beim Walzen etwa 99% nötig sind. Um den bei einer Materialdicke von 500 μm infolge des Walzziehens erreichten Texturzustand auch durch Walzen zu erreichen, muss bis an etwa 100 μm weiter umgeformt werden (Fig.4).

Wie die Ergebnisse in den Figuren 3 und 4 belegen, ist nicht nur das Walzziehen, sondern auch das Gleitziehen für die Formierung der Würfeltextur in Nickel günstiger als das Walzen. Dieser günstige Einfluss des Gleitziehens überrascht, da früher durch Gleitziehen von Kupfer im Vergleich zum Walzen lediglich ein gleichwertiger Einfluss festgestellt

wurde (W. M. Baldwin: Trans. ASM 39(1947)737-739), was technologisch nicht attraktiv erschien und offenbar deshalb nicht weiter verfolgt wurde.

5 Beispiel 2

Technisch reines Nickel mit einem Reinheitsgrad von 99,9 Atom-% Nickel, wird nach dem Abguss in eine Kupferkokille von ca. 40mm X 40mm Querschnitt spanabhebend überarbeitet, danach an 20 mm x 20 mm warmgewalzt und
10 homogenisierend bei 1050°C geglüht. Zur Einstellung eines feinkörnigen Gefüges wird an 10 mm x 10 mm Querschnitt kaltgewalzt und rekristallisierend geglüht. Ab 10 mm Dicke wird an 2,5 mm Dicke gleitgezogen. Darauf erfolgt die Kaltumformung durch Walzziehen an die Enddicke von 0,25 mm.
15 Es wird eine Wärmebehandlung bei 800°C angeschlossen, um die hochgradige Würfeltextur in dem Nickelband zu erzeugen.

Beispiel 3

Eine Nickellegierung mit einem Legierungsgehalt von 5 Atom-%
20 Wolfram wird von der Querschnittsabmessung (20 x 20)mm² an die Dicke von 3 mm kaltgewalzt und bei 850°C zur Einstellung eines feinkristallinen Gefüges rekristallisiert. Ab 3 mm Dicke wird an 0,15 mm Dicke walzgezogen und bei 1000°C zur Erzielung der hochgradigen Würfeltextur geglüht. Es ist aber
25 auch möglich, das Walzziehen nur bis 0,20 mm Materialdicke auszuführen und ein Schlusswalzen an 0,15 mm mit polierten Walzen vorzunehmen, um eine möglichst hohe Oberflächenqualität des Bandes mit minimaler Rauigkeit zu erreichen.

30

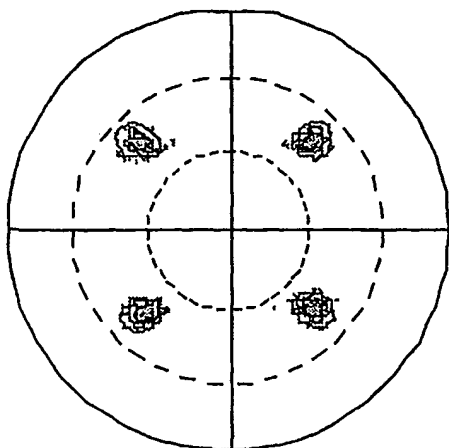
Beispiel 4

Kupferblech der Dicke 10 mm wird nach einer Ausgangsglühung zur Erzeugung eines weichen Gefüges an die Fertigabmessung von 0,08 mm Dicke durch frei drehbare Rollen kaltgezogen.
35 Während der nachgeschalteten halbstündigen Wärmebehandlung bei 400°C entsteht eine scharfe Würfeltextur im Bandmaterial.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung metallischer Bänder mit
5 Rekrystallisations-Würfelftextur auf der Basis von Nickel,
Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser
Metalle, einschließlich austenitischer Eisen-Nickel-
Legierungen, dadurch gekennzeichnet, dass die Werkstoffe
10 vor ihrer Rekrystallisationsglühung hochgradig durch
Kaltziehen umgeformt werden, wobei als Werkzeuge
a) nicht angetriebene Rollenapparate mit einem
achsparallelen, flachen Rollenpaar oder Türkenkopf-
Anordnungen mit zwei Rollenpaaren
oder
15 b) feststehende, gegeneinander geneigte Ziehbacken
benutzt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass
das Kaltziehen mit einer Dickenreduktion von $\epsilon_h > 50\%$,
20 vorzugsweise von $\epsilon_h > 90\%$, durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass
das Kaltziehen kombiniert wird mit einer für schwer
umformbare Legierungen üblichen Walzumformung.
25
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass
bei der kombinativen Anwendung von Kaltziehen und
Walzumformung das Verfahren des Kaltziehens im
überwiegenden Maße angewandt wird.
30
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass
eine abschließende Oberflächenglättung der Bänder mittels
Feinwalzung oder mittels einem anderen Verfahren der
Feinbearbeitung von Oberflächen, insbesondere mittels
35 Prägepolieren, durchgeführt wird.

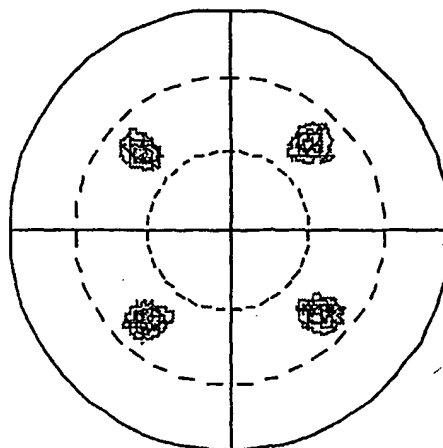
(111)



max = 2704

WZ 0,08 RK6

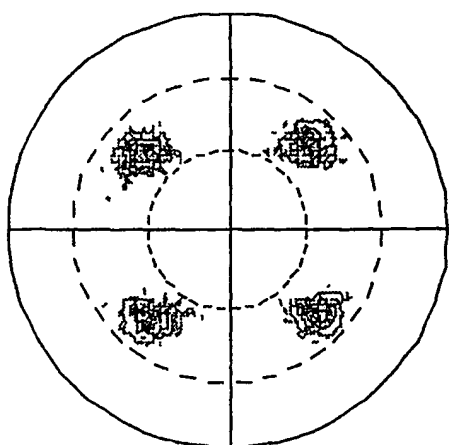
(111)



max = 2520

WZ 0,18 RK6

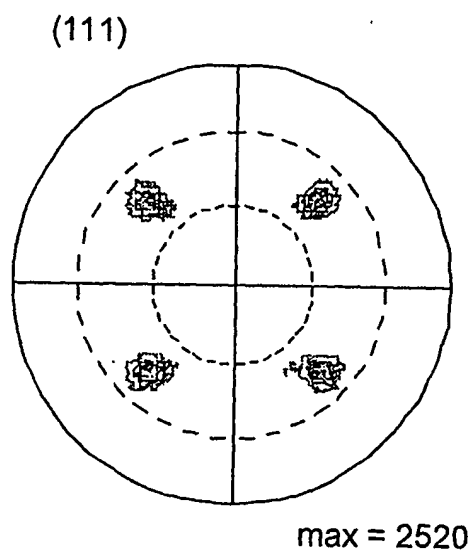
(111)



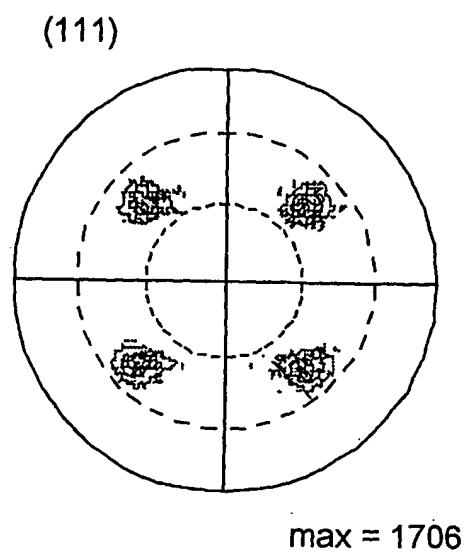
max = 1211

WZ 0,5 RK 6

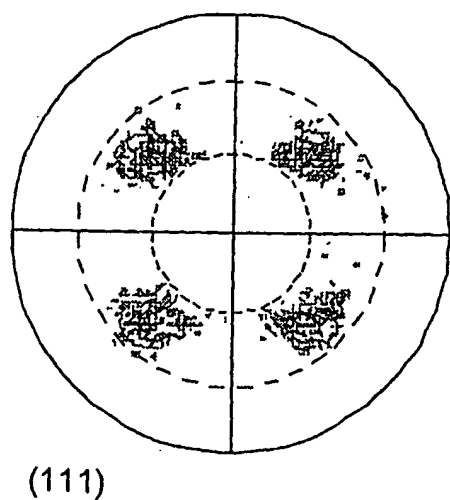
Fig. 1



W 0,08 RK6



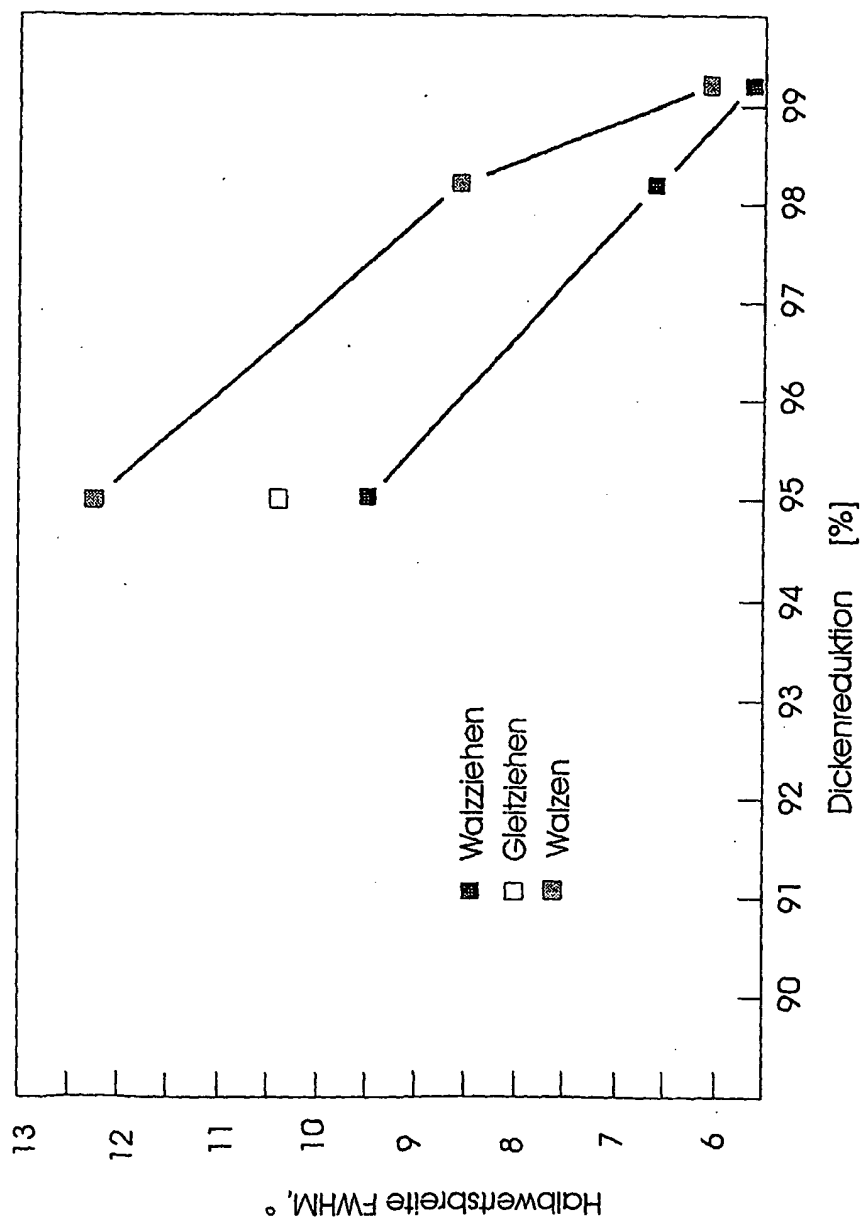
W 0,18 RK6



max = 876

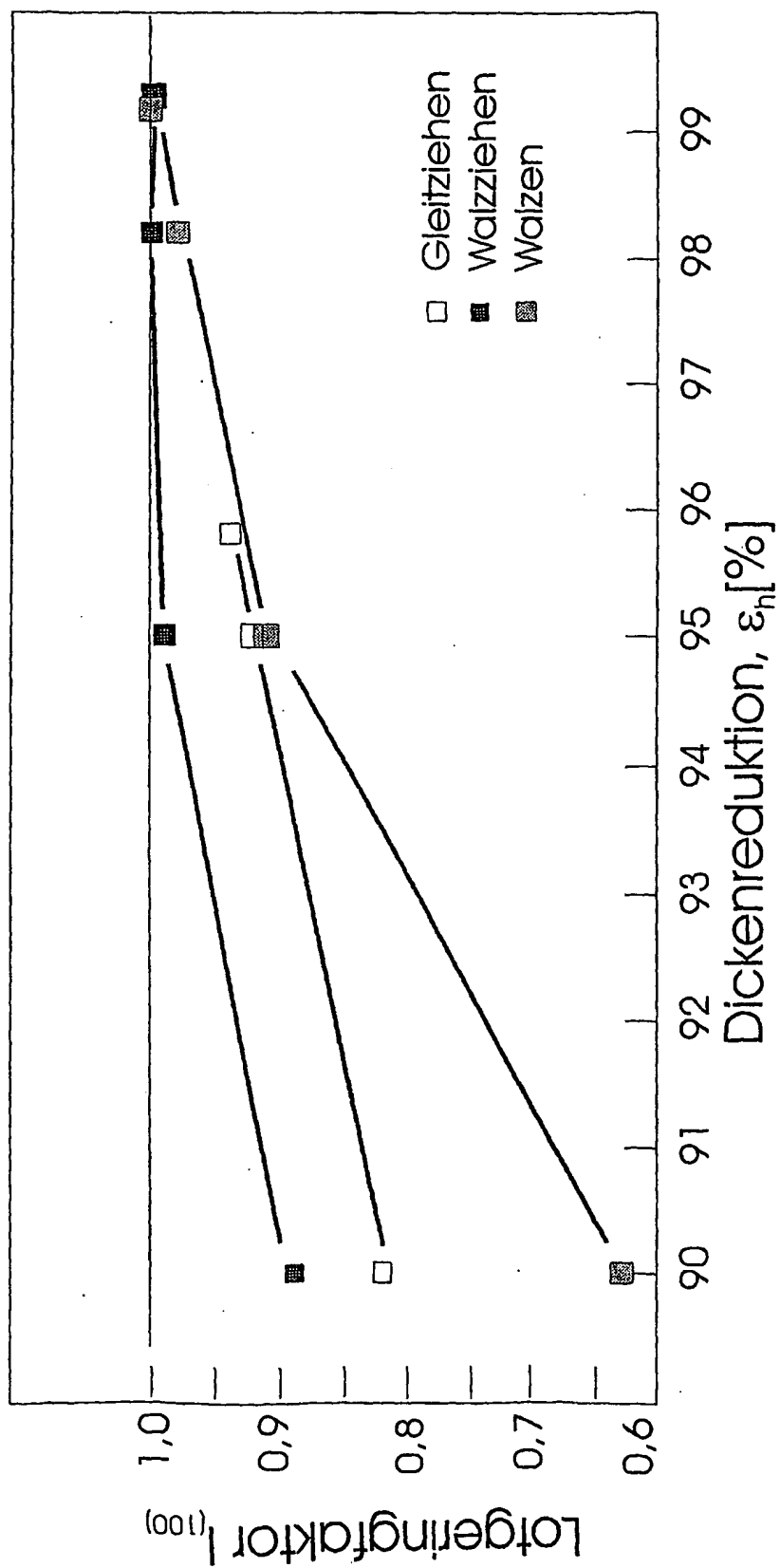
W 0,5 RK 6

Fig. 2



Halbwertsbreiten der (111)-Pole von Nickelbändern mit Würfelftextur nach Kaltumformung und anschließender Rekristallisation bei 800°C

Fig. 3



Relative Reflexintensität $I_{(100)}$ eines reinen Nickelbandes nach Kaltumformung und anschließender Rekristallisation bei 600°C

Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/DE 02/03193

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B21C1/00 B21C37/02 H01L39/24 B21C1/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B21C H01L C22F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 180 570 B1 (GOYAL AMIT) 30 January 2001 (2001-01-30) column 3, line 36-42 column 9, line 18-38	1,2
A	US 3 318 129 A (LEO GROSS) 9 May 1967 (1967-05-09) column 1, line 1-50; figures 1,2	1
A	GB 519 604 A (AMERICAN ROLLING MILL COMPANY) 1 April 1940 (1940-04-01) page 1, line 1-72; figure 3	1
A	US 5 981 444 A (ITOZAKI HIDEO ET AL) 9 November 1999 (1999-11-09) column 3, line 64-66 column 5, line 9-17 column 5, line 62-67	1
-/-		

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 December 2002

Date of mailing of the international search report

19/12/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Marc Augé

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 02/03193

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 99 16941 A (UNIV CALIFORNIA ; AMERICAN ; SUPERCONDUCTOR CORP (US)) 8 April 1999 (1999-04-08) page 10, line 9-24 page 11, line 27 -page 13, line 16 ---	1,3
X	DE 11 84 969 B (VER LEICHTMETALL WERKE GES MIT) 7 January 1965 (1965-01-07) the whole document ---	1,5
X	US 5 089 057 A (PLEWES JOHN T) 18 February 1992 (1992-02-18) column 9, line 62 -column 10, line 24; claim 1; figure 2 -----	1,5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 02/03193

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6180570	B1	30-01-2001	US 6375768 B1 23-04-2002
US 3318129	A	09-05-1967	NONE
GB 519604	A	01-04-1940	NONE
US 5981444	A	09-11-1999	AU 597148 B2 24-05-1990 AU 1142288 A 11-08-1988 CA 1338396 A1 18-06-1996 CN 1031442 A ,B 01-03-1989 DE 3856529 D1 11-07-2002 DE 3877018 D1 11-02-1993 DE 3877018 T2 15-04-1993 EP 0281444 A1 07-09-1988 EP 0475466 A2 18-03-1992 JP 1140520 A 01-06-1989 JP 2877149 B2 31-03-1999 JP 2914331 B2 28-06-1999 JP 9185914 A 15-07-1997 JP 2996340 B2 27-12-1999 JP 9185915 A 15-07-1997 JP 9185916 A 15-07-1997 JP 1206513 A 18-08-1989
WO 9916941	A	08-04-1999	US 6428635 B1 06-08-2002 AU 744450 B2 21-02-2002 AU 1795899 A 23-04-1999 CA 2305571 A1 08-04-1999 EP 1042095 A1 11-10-2000 JP 2001518564 T 16-10-2001 NZ 504012 A 28-09-2001 WO 9916941 A1 08-04-1999
DE 1184969	B	07-01-1965	NONE
US 5089057	A	18-02-1992	NONE

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 02/03193

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 B21C1/00 B21C37/02 H01L39/24 B21C1/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 B21C H01L C22F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 6 180 570 B1 (GOYAL AMIT) 30. Januar 2001 (2001-01-30) Spalte 3, Zeile 36-42 Spalte 9, Zeile 18-38	1,2
A	US 3 318 129 A (LEO GROSS) 9. Mai 1967 (1967-05-09) Spalte 1, Zeile 1-50; Abbildungen 1,2	1
A	GB 519 604 A (AMERICAN ROLLING MILL COMPANY) 1. April 1940 (1940-04-01) Seite 1, Zeile 1-72; Abbildung 3	1
A	US 5 981 444 A (ITOZAKI HIDEO ET AL) 9. November 1999 (1999-11-09) Spalte 3, Zeile 64-66 Spalte 5, Zeile 9-17 Spalte 5, Zeile 62-67	1

	---/---	

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

G Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

11. Dezember 2002

Absenddatum des Internationalen Recherchenberichts

19/12/2002

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Marc Augé

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter
ales Aktenzeichen

PCT/DE 02/03193

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 99 16941 A (UNIV CALIFORNIA ;AMERICAN SUPERCONDUCTOR CORP (US)) 8. April 1999 (1999-04-08) Seite 10, Zeile 9-24 Seite 11, Zeile 27 -Seite 13, Zeile 16 -----	1,3
X	DE 11 84 969 B (VER LEICHTMETALL WERKE GES MIT) 7. Januar 1965 (1965-01-07) das ganze Dokument -----	1,5
X	US 5 089 057 A (PLEWES JOHN T) 18. Februar 1992 (1992-02-18) Spalte 9, Zeile 62 -Spalte 10, Zeile 24; Anspruch 1; Abbildung 2 -----	1,5

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT
Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 02/03193

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 6180570	B1	30-01-2001	US 6375768 B1 23-04-2002
US 3318129	A	09-05-1967	KEINE
GB 519604	A	01-04-1940	KEINE
US 5981444	A	09-11-1999	AU 597148 B2 24-05-1990 AU 1142288 A 11-08-1988 CA 1338396 A1 18-06-1996 CN 1031442 A ,B 01-03-1989 DE 3856529 D1 11-07-2002 DE 3877018 D1 11-02-1993 DE 3877018 T2 15-04-1993 EP 0281444 A1 07-09-1988 EP 0475466 A2 18-03-1992 JP 1140520 A 01-06-1989 JP 2877149 B2 31-03-1999 JP 2914331 B2 28-06-1999 JP 9185914 A 15-07-1997 JP 2996340 B2 27-12-1999 JP 9185915 A 15-07-1997 JP 9185916 A 15-07-1997 JP 1206513 A 18-08-1989
WO 9916941	A	08-04-1999	US 6428635 B1 06-08-2002 AU 744450 B2 21-02-2002 AU 1795899 A 23-04-1999 CA 2305571 A1 08-04-1999 EP 1042095 A1 11-10-2000 JP 2001518564 T 16-10-2001 NZ 504012 A 28-09-2001 WO 9916941 A1 08-04-1999
DE 1184969	B	07-01-1965	KEINE
US 5089057	A	18-02-1992	KEINE